SNI

Standar Nasional Indonesia

SNI 06-6989.48-2005

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 48 : Cara uji kadar nikel (Ni) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara tungku karbon

ICS 13.060.01

Badan Standardisasi Nasional

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Daftar isi

Daftar isi i
Prakata ii
1 Ruang lingkup 1
2 Istilah dan definisi 1
3 Cara uji 2
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu 3
5 Rekomendasi 4
Lampiran A Pelaporan 5
Bibliografi 6

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Prakata

SNI ini merupakan hasil kaji ulang dan revisi dari SNI 06-2522-1991, *Metode pengujian kadar nikel dalam air dengan alat tungku karbon spektrofotometer serapan atom*. SNI ini menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 3111A and 3111C, editor L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, APHA, AWWA and WEF, Washington DC. SNI ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis *Kualitas Air* dari Panitia Teknis 207S, Panitia Teknis *Sistem Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 3 – 4 November 2004 di Depok.

Dengan ditetapkannya SNI 06-6989.48-2005 ini, maka penerapan SNI 06-2522-1991 dinyatakan tidak berlaku lagi. Pemakai SNI agar dapat meneliti validasi SNI yang terkait dengan metode ini, sehingga dapat selalu menggunakan SNI edisi terakhir.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Air dan air limbah – Bagian 48 : Cara uji kadar nikel (Ni) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) secara tungku karbon

1 Ruang lingkup

Cara uji ini digunakan untuk menentukan kadar nikel dalam air dan air limbah dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (SSA) secara tungku karbon pada kisaran kadar 1,0 μg/L sampai dengan 10,0 μg/L pada panjang gelombang 232,5 nm.

2 Istilah dan definisi

2.1
nikel terlarut
nikel dalam air yang dapat lolos melalui saringan membran berpori 0,45 μm

2.2
nikel total
banyaknya nikel yang terlarut dan tersuspensi dalam air

2.3
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan kadar larutan baku dengan hasil pembacaan serapan yang merupakan garis lurus

2.4
larutan induk nikel
larutan yang mempunyai kadar nikel 100 mg/L, yang digunakan untuk membuat larutan baku dengan kadar yang lebih rendah

2.5
larutan baku nikel
larutan induk nikel yang diencerkan dengan larutan pengencer sampai kadar tertentu

2.6
larutan kerja nikel
Larutan baku nikel yang diencerkan, digunakan untuk membuat kurva kalibrasi

2.7
larutan blanko
air suling yang diasamkan atau diperlakukan sama dengan contoh uji

2.8
larutan pengencer
larutan yang digunakan untuk membuat larutan baku dan larutan kerja dengan cara menambahkan asam nitrat pekat 1,5 mL ke dalam setiap 1 L air suling.

2.9
tungku karbon
peralatan atomisasi pada alat spektrofotometer serapan atom yang menggunakan arus listrik sebagai sumber panasnya

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Contoh uji air dan air limbah ditambahkan asam nitrat kemudian dilanjutkan dengan pemanasan yang bertujuan untuk melarutkan analit nikel dan menghilangkan zat-zat pengganggu, selanjutnya diukur serapannya dengan SSA tungku karbon dengan gas argon sebagai gas pembawa.

3.2 Bahan

a) larutan induk nikel 100 mg/L;
b) asam nitrat (HNO_3) pekat;
c) air bebas logam; dan
d) gas argon.

3.3 Peralatan

a) Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) tungku karbon;
b) alat pemanas;
c) labu ukur 50 mL; 100 mL dan 1000 mL;
d) gelas piala 100 mL;
e) pipet volumetrik 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL dan 10,0 mL;
f) kaca arloji berdiameter 5 cm;
g) gelas ukur 100 mL;
h) pipet ukur 10 mL;
i) alat penyaring dengan ukuran pori 0,45 µm dilengkapi dengan *filter holder* dan pompa; dan
j) kertas saring.

3.4 Pengawetan contoh uji

Bila contoh uji tidak dapat segera dianalisis, maka contoh uji diawetkan dengan menambahkan HNO_3 pekat sampai pH kurang dari 2 dengan waktu penyimpanan maksimal 6 bulan.

CATATAN Bila Ni terlarut yang akan dianalisis, maka penambahan asam nitrat dilakukan setelah penyaringan.

3.5 Persiapan pengujian

3.5.1 Persiapan contoh uji

a) homogenkan contoh uji, masukkan 50 mL contoh uji ke dalam gelas piala 100 mL;
b) tambahkan 5 mL HNO_3 pekat dan panaskan perlahan-lahan sampai sisa volumenya 15 mL sampai dengan 20 mL;
c) tambahkan lagi 5 mL HNO_3 pekat, kemudian tutup gelas piala dengan kaca arloji dan panaskan lagi;
d) lanjutkan penambahan asam dan pemanasan sampai semua logam larut, yang terlihat dari warna endapan dalam contoh uji menjadi agak putih atau contoh uji menjadi jernih;
e) tambah lagi 2 mL HNO_3 pekat dan panaskan kira-kira 10 menit;
f) bilas kaca arloji dan masukkan air bilasannya ke dalam gelas piala;
g) pindahkan contoh uji masing-masing ke dalam labu ukur 50 mL dan tambahkan air suling sampai tepat pada tanda tera;
h) contoh uji siap diukur.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

3.5.2 Pembuatan larutan baku nikel 10 mg/L

a) pipet 10 mL larutan induk nikel 100 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3.5.3 Pembuatan larutan baku nikel 1 mg/L

a) pipet 10 mL larutan baku nikel 10 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3.5.4 Pembuatan larutan baku nikel 0,1 mg/L

b) pipet 10 mL larutan baku nikel 1 mg/L dan masukkan ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer hingga tanda tera dan dihomogenkan.

3,5.4 Pembuatan larutan kerja nikel

a) pipet 0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 5,0 mL dan 10,0 mL larutan baku nikel 0,1 mg/L dan masukkan masing-masing ke dalam labu ukur 100 mL;
b) tambahkan larutan pengencer sampai tepat tanda tera kemudian dihomogenkan sehingga diperoleh kadar nikel 0,0 µg/L; 1,0 µg/L; 2,0µg/L; 5,0 µg/L dan 10,0 µg/L.

3.6 Prosedur dan pembuatan kurva kalibrasi

3.6.1 Pembuatan kurva kalibrasi

a) atur alat SSA dan optimasikan sesuai dengan petunjuk penggunaan alat untuk pengukuran nikel;
b) suntikkan larutan kerja ke dalam tungku karbon dan panaskan tungku karbon, kemudian catat serapannya. Ulangi hal yang sama untuk larutan kerja lainnya;
c) buat kurva kalibrasi dari data b) di atas, dan atau tentukan persamaan garis lurusnya.

3.6.2 Cara uji

a) suntikkan contoh uji ke dalam tungku karbon alat SSA dan panaskan tungku karbon;
b) catat serapannya.

3.7 Perhitungan

Kadar nikel (µg/L) = C X fp

dengan pengertian :
C adalah kadar yang didapat dari hasil pengukuran (µg/L);
fp adalah faktor pengenceran.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia *pro analysis* (p.a).
b) Gunakan alat gelas bebas kontaminan.
c) Gunakan alat ukur yang terkalibrasi.
d) Dikerjakan oleh analis yang kompeten.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

e) Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu penyimpanan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

a) Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,95 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.
b) Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi.
c) Lakukan analisis duplo untuk kontrol ketelitian analisis.
d) Jika perbedaan persen relatif hasil pengukuran lebih besar atau sama dengan 10% maka dilakukan pengukuran ketiga.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi

a) Analisis CRM
Lakukan analisis *Certified Reference Material* (CRM) untuk kontrol akurasi.
b) Analisis *blind sample.*
c) Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat CRM.
d) Untuk kontrol gangguan matrik lakukan analisis spike matrik. Kisaran persen temu balik adalah 85% sampai dengan 115%.
e) Buat *control chart* untuk akurasi analisis.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Lampiran A

(normatif)

Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama analis.
3) Tanggal analisis.
4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
5) Rekaman kurva kalibrasi .
6) Nomor contoh uji.
7) Tanggal penerimaan contoh uji.
8) Batas deteksi.
9) Rekaman hasil perhitungan.
10) Hasil pengukuran persen spike matrik dan CRM atau *blind sample* (bila dilakukan).
11) Kadar analit contoh uji.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

Bibliografi

L. S. Clesceri, A.E. Greenberg, A.D. Eaton, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 20 th Edition (1998), 3111A and 3111C, APHA, AWWA and WEF, Washington DC.

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

“Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

"Hak Cipta Badan Standardisasi Nasional, copy standar ini dibuat untuk penayangan di website Akses SNI dan tidak untuk dikomersilkan"

BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id